

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-332801

(43)Date of publication of application : 18.12.1998

(51)Int.Cl.

G01R 33/32
G01R 33/36

(21)Application number : 10-151927

(71)Applicant : SPECTROSPIN AG

(22)Date of filing : 18.05.1998

(72)Inventor : TRIEBE RENE
MAREK DANIEL

(30)Priority

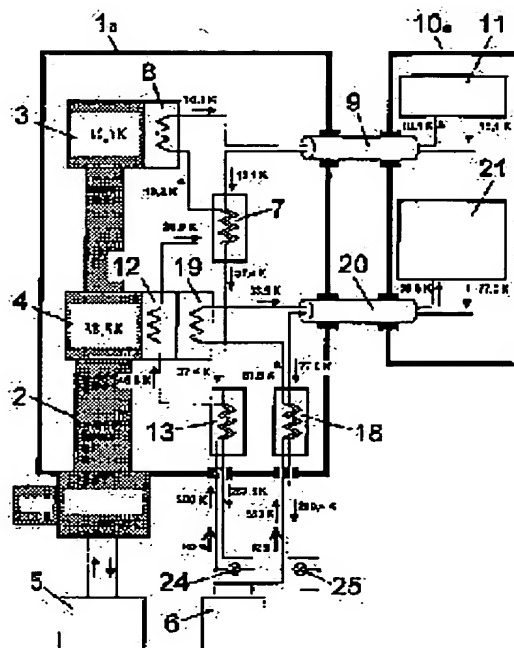
Priority number : 97 19720677 Priority date : 16.05.1997 Priority country : DE

(54) NMR MEASURING DEVICE WITH COOLING PROBE HEAD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an NMR(nuclear magnetic resonance) measuring device that can greatly reduce noise including the noise of a preamplifier by using the simplest method and at the same time without increasing technical difficulty and costs.

SOLUTION: One or a plurality of preamplifiers 21 for amplifying an NMR signal being received by an NMR reception coil are provided at an NMR probe head 10a in addition to one or a plurality of NMR reception coils, and additional transfer pipelines 9 and 20 that are subjected to extremely low-temperature heat insulation are provided between a cooling device 1a and the NMR probe head 10a. Then, a refrigerant flow with temperature that is higher than that of the refrigerant flow being used for cooling the NMR reception coil is supplied to at least either of one or a plurality of preamplifiers 21 and components that contact the preamplifiers 21 such as a high-frequency (RF) switch, an RF filter, and a mounting member, and at the same time at least an extremely low-temperature cooler 2 of the extremely low-temperature cooler 2 and an additional heat exchanger is provided to cool two refrigerant flows.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.05.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2947348

[Date of registration] 02.07.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2947348号

(45) 発行日 平成11年(1999) 9月13日

(24) 登録日 平成11年(1999) 7月2日

(51) IntCl.
G 0 1 R 33/32

識別記号

F I
G 0 1 N 24/04

5 1 0 G

請求項の数13(全 12 頁)

(21) 出願番号	特願平10-151927	(73) 特許権者	591148048 ブルーカー アー・ゲー スイス国、フェルアンデン ツェー・ハ ー8117、インドゥストリーシュトラ ーセ26
(22) 出願日	平成10年(1998) 5月18日	(72) 発明者	レーネ トリーベ スイス国 ツェーハー 8051 チューリ ッヒ ロスヴィーゼンシュトラーセ 22
(65) 公開番号	特開平10-332801	(72) 発明者	ダニエル マレック スイス国 ツェーハー 5103 メーリケ ン マルヒシュタインヴェック 2
(43) 公開日	平成10年(1998) 12月18日	(74) 代理人	弁理士 渡部 敏彦
審査請求日	平成10年(1998) 5月18日	審査官	米澤 英彦
(31) 優先権主張番号	1 9 7 2 0 6 7 7 . 8		
(32) 優先日	1997年 5月16日		
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 冷却プローブヘッドを有するNMR測定装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 1つ又は複数のNMR受信コイル(11)を備えたNMRプローブヘッド(10a~10g)を有する核磁気共鳴(NMR)測定用の測定装置であつて、前記プローブヘッド(10a~10g)には冷却装置(1a~1g)から極低温断熱された移送管路(9)を介して冷媒が供給され、前記冷却装置(1a~1g)は、第1段交換器(12)を有する第1冷却段(4)と、第2段交換器(8)を有する第2冷却段(3)とを有する単一の極低温冷却器(2)を備え、前記第1冷却段(4)は前記第2冷却段(3)の第2段温度より高い第1段温度を有し、前記測定装置はポンプ(6)を備え、該ポンプは最初に室温である冷媒を、第1向流式交換器(13)、前記第1段交換器(12)、第2向流式交換器(7)、前記第2段交換器(8)及び前記移送管

路(9)から成る回路を介して前記NMRプローブヘッド(10a~10g)に移送して前記NMR受信コイル(11)を前記第2冷却段(3)に熱接続し、再び前記冷媒を、前記移送管路(9)、前記第2向流式交換器(7)、及び前記第1向流式交換器(13)を介して移送可能である測定装置において、前記NMRプローブヘッド(10a~10d)に、前記1つ又は複数のNMR受信コイル(11)に加えて、前記NMR受信コイル(11)によって受信されるNMR信号を増幅するための1つ又は複数の前置増幅器(21)を設けると共に、極低温断熱された追加の移送管路(20)を前記冷却装置(1a~1d)及び前記NMRプローブヘッド(10a~10d)間に設け、前記追加の移送管路(20)を介して、前記1つ又は複数の前記前置増幅器(21)と、高周波(RF)スイッチ、RFフィルタ、取付部材

等の前記前置増幅器（２１）に接触する構成部品の少なくとも一方を前記第１冷却段に熱接続し、且つ、前記極低温冷却器（２）及び追加の熱交換器のうちの少なくとも該極低温冷却器（２）を前記２つの冷媒流を冷却するために用い、これにより前記前置増幅器（２１）を前記受信コイルの温度より高い温度に冷却することを特徴とする測定装置。

【請求項２】 前記第１の冷媒流は、前記NMR受信コイル（１１）を離れた直後に２０Kより低い温度、好ましくは約１５Kの温度を有し、前記第２の冷媒流は、前記前置増幅器（２１）を離れた後に約８０K、好ましくは略７７Kの温度を有することを特徴とする請求項１記載の測定装置。

【請求項３】 前記NMR受信コイル（１１）冷却用と、前記前置増幅器（２１）及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方の冷却用の２つの個別の冷却回路を備えることを特徴とする請求項１又は２記載の測定装置。

【請求項４】 前記第１段交換器（１２）に加えて、追加の段交換器（１９）を前記極低温冷却器（２）の前記第１冷却段（４）に接続し、前記第１段交換器（１２）を、前記NMR受信コイル（１１）の冷却回路における冷媒流の冷却に用い、前記追加の段交換器（１９）を前記前置増幅器（２１）の冷却回路における冷媒流の冷却に用いることを特徴とする請求項３記載の測定装置。

【請求項５】 追加の向流式交換器（１８）を、前記前置増幅器（２１）の冷却回路に、前記ポンプ（６）と前記追加の段交換器（１９）及び前記追加の移送管路（２０）との間の位置で挿入することを特徴とする請求項４記載の測定装置。

【請求項６】 前記２つの冷却回路の各々が、前記冷媒の質量流量を制御するための少なくとも１つの略室温の弁を有することを特徴とする請求項３乃至５のいずれかに記載の測定装置。

【請求項７】 それぞれ、前記NMR受信コイル（１１）の冷却用及び前記前置増幅器（２１）及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方の冷却用に２つの流れ成分を有する単一の冷却回路を設けたことを特徴とする請求項１又は２記載の測定装置。

【請求項８】 前記前置増幅器（２１）に流れる冷媒の質量流量を制御する冷却された弁（２２）を有することを特徴とする請求項７記載の測定装置。

【請求項９】 前記第１段交換器（１２）に加えて、追加の段交換器（１９）を前記極低温冷却器（２）の前記第１冷却段（４）に接続し、前記追加の段交換器（１９）を、前記前置増幅器（２１）及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方の冷却、又は前記前置増幅器（２１）及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方の冷却と前記第１段交換器に直接流れる冷媒流成分の冷却とに用い、前記第１段交換器（１２）を前記NMR受

信コイル（１１）に流れる冷媒の冷却に用いることを特徴とする請求項７又は８記載の測定装置。

【請求項１０】 前記NMR受信コイル（１１）から前記第２向流式交換器（７）を介して戻る冷媒流成分を前記前置増幅器及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方を冷却するために分岐した後、前記追加の移送管路（２０）及び前記第１向流式交換器（１３）を介して前記ポンプ（６）に戻すことを特徴とする請求項７又は８記載の測定装置。

【請求項１１】 前記NMR受信コイル（１１）からの全冷媒流を、前記前置増幅器（２１）及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方を冷却するために、前記第２向流式交換器（７）を介して案内した後、前記追加の移送管路（２０）及び前記第１向流式交換器（１３）を介して前記ポンプ（６）に戻すことを特徴とする請求項７記載の測定装置。

【請求項１２】 ヒータ（２３）を前記前置増幅器（２１）に空間的に近接して設けたことを特徴とする請求項１乃至１１のいずれかに記載の測定装置。

【請求項１３】 前記第１移送管路（９）と前記追加の移送管路（２０）に共通の極低温断熱材を設けたことを特徴とする請求項１乃至１２のいずれかに記載の測定装置。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】本発明は、１つ又は複数のNMR受信コイルを備えたNMRプローブヘッドを有する核磁気共鳴（NMR）測定用の測定装置に関する。プローブヘッドには冷却装置から極低温断熱された移送管路を介して冷媒が供給され、前記冷却装置は、第１段交換器を有する第１冷却段と、第２段交換器を有する第２冷却段とを有する単一の極低温冷却器を備え、前記第１冷却段は前記第２冷却段の第２段温度より高い第１段温度を有し、前記測定装置はポンプを備え、該ポンプは最初に室温である冷媒を、第１向流式交換器、前記第１段交換器、第２向流式交換器、前記第２段交換器及び前記移送管路から成る回路を介してNMRプローブヘッドに移送してNMR受信コイルを第２冷却段に熱接続し、再び前記冷媒を、前記移送管路、前記第２向流式交換器、及び前記第１向流式交換器を介して移送可能である。

【０００２】

【従来の技術】この種のNMR測定装置は米国特許第５，５０８，６１３号により当該分野で公知である。

【０００３】NMR分光法は化学化合物の構造を精密に判定できる測定方法である。しかしながら、この利点のために却ってより大きな不利益がある。即ち、NMR分光法は、残念ながら、一般に信号対雑音比（SN比）がかなり小さい比較的感度の鈍い測定方法でもある。従って、感度の向上を得るすべての可能なステップを採り入れる必要がある。

【0004】このSN比は、材料の入念な選択を行ない、NMR受信コイル用に精密に調整された材料を用い、幾何学的形状寸法・配置を最適にすることによりかなり向上させることができる。しかしながら、この種の最適化のプロセスは限界に達し、期待できる更なる改良はわずかな程度でしかないことが明らかとなった。このため、たとえかなりの努力と費用を費やしても、新たな最適化の方法を研究することが必要となった。そのような可能性の1つは電氣的共鳴と同調ネットワークによる受信コイルの極低温冷却である。追加のステップとして、前置増幅器もまたその雑音が受信コイルに比べて小さく押えられるように冷却しなければならない。

【0005】「受信コイル」という表現は単に、純粋なインダクタンスを意味するだけでなく、高周波領域における共鳴が可能なシステムを実現するために分布インダクタンス及び／又はキャパシタンスを有する共鳴装置をも意味する。

【0006】大部分のNMR測定において、受信器の出力側のNMR信号のSN比は、主として受信コイルのSN比によって制限される。このSN比は、コイルに固有の雑音に対する、標準的試料から受信したNMR信号の大きさに依存する。NMR信号の大きさは、受信コイルの幾何学的形状寸法・配置と、コイルがどの程度近接して試料を囲繞するかによる。これらの特性は温度には左右され得ない。しかしながら、このことは、コイルに固有の雑音に関しては当てはまらない。即ち、コイルの固有雑音は、コイルの高周波損失抵抗 R_{HF} により生成し、その抵抗 R_{HF} の大きさとその温度に依存する一より正確には積 $R_{HF} \cdot T$ の平方根に依存する。

【0007】受信コイルを30Kより低い温度に冷却すると、その抵抗 R_{HF} と温度 T とが共に減少し、固有雑音の大幅な減少とそれに対応してSN比の増大をもたらす。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】米国特許第5,508,613号は冷却されたNMR受信コイルを有する従来のNMR測定装置を開示する。しかしながら、この従来装置によって解決されない別の問題は、NMR受信コイルから発信されるNMR信号を増幅し、通常は室温で作動する前置増幅器に固有の雑音である。

【0009】従って本発明の目的は、前置増幅器の雑音も含む雑音の大幅な減少を、可能な限り簡単な方法で且つ大きな技術的困難とコストの増加を伴わずに達成することができるNMR測定装置を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】この目的は、本発明によれば、NMRプローブヘッドに、1つ又は複数のNMR受信コイルに加えて、前記NMR受信コイルによって受信されるNMR信号を増幅するための1つ又は複数の前置増幅器を設けると共に、極低温断熱された追加の移送

管路を前記冷却装置及び前記NMRプローブヘッド間に設け、前記追加の移送管路を介して、前記1つ又は複数の前記前置増幅器と、高周波(RF)スイッチ、RFフィルタ、取付部材等の前記前置増幅器に接触する構成部品との少なくとも一方を前記第1冷却段に熱接続し、且つ、前記極低温冷却器及び追加の熱交換器のうちの少なくとも該極低温冷却器を前記2つの冷媒流を冷却するために用い、これにより前記前置増幅器(21)を前記受信コイルの温度より高い温度に冷却することにより達成される。

【0011】「極低温冷却器」という用語は、対象物を冷却する冷却面を有し、低温媒体を用いて作動する装置、例えばギフォード-マックマホン(Gifford-McMahon)冷却器、パルス管冷却器、又はジュール-トムソン(Joule-Thomson)冷却装置を指す。

【0012】雑音を最小にするための前置増幅器の冷却は、シリコン技術を用いて製造した電子部品が適正に機能しなくなるので、実質的に80Kより低い温度で行うべきではない。幸いなことに、前置増幅器の雑音は、この幾分高い温度でも十分に小さいので、受信コイルの雑音に影響しない。従って、第1の冷媒流がNMR受信コイルを離れた直後、20Kより低い温度、好ましくは約15Kを有し、第2の冷媒流が前置増幅器を励起した直後、約80Kの温度、好ましくは略77Kを有するようにした本発明の測定装置の実施の形態は有利である。

【0013】これにより、NMR受信コイルは、原則的により低い温度に冷却可能となる。しかしながら、このことは、特に極低温冷却器に関してかなりの費用と困難を要し、これによって達成される改良に比べて正当なものでなくなる。

【0014】本発明の測定装置の別の実施の形態においては、前記NMR受信コイル冷却用と、前記前置増幅器及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方の冷却用の2つの個別の冷却回路を備える。この実施の形態は冷却弁が不要であるという利点を有する。

【0015】この実施の形態の改良例によれば、第1段交換器に加えて、追加の段交換器を極低温冷却器の第1冷却段に接続し、前記第1段交換器を、NMR受信コイルの冷却回路における冷媒流の冷却に用い、前記追加の段交換器を前記前置増幅器の冷却回路における冷媒流の冷却に用いる。追加の段交換器を第1冷却段上に形成するとコンパクトな配置となる。

【0016】この実施の形態の改良例によれば、追加の向流式交換器を、前置増幅器の冷却回路に、ポンプと前記追加の段交換器及び前記追加の移送管路との間の位置で挿入することにより熱効率を高める。従って、略300Kと略80Kの2つの温度領域の離隔が実質的な熱損失なしに達成される。

【0017】冷媒の質量流量を制御するための少なくとも1つの略室温の弁を、前記各冷却回路に設けるように

改良すると有利である。室温の弁は冷媒流を微調整して両冷却回路への温度配分を行なう。

【0018】本発明の測定装置の別の実施の形態によれば、それぞれ、NMR受信コイルの冷却用及び前記前置増幅器及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方の冷却用に2つの流れ成分を有する単一の冷却回路を設けるもので、特に好ましい。従って、2つの個別な冷却回路を有する上述の実施の形態に対して、必要な極低温構成部品の数が減少する。即ち、第2の冷却回路用の冷却バッファとして機能する、少なくとも1つの向流式交換器が不要となるからである。

【0019】この実施の形態の有利な改良例によれば、前置増幅器に流れる冷媒の質量流量を制御するための冷却された弁を備える。これにより、冷却回路の2つの流れ成分を微調整することができ、特に、適正な性能を確保するように前置増幅器の温度を精密に調整することができる。即ち、前置増幅器は略80Kの温度まで下がったときのみ、確実に且つ雑音が最適になって作動するからである。

【0020】特に好ましい実施の形態によれば、第1段交換器に加えて、追加の段交換器を極低温冷却器の第1冷却段に接続し、前記追加の段交換器を、前置増幅器及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方の冷却、及び必要により、前記第1段交換器に直接流れる冷媒流成分の冷却に用い、第1段交換器をNMR受信コイルに流れる冷媒の冷却に用いる。追加の段交換器は冷媒の初期予備冷却を行なう。前置増幅器で温められた冷媒は再び極低温冷却器の第1段に導入され、第2向流式交換器の冷却効果を向上させるために、第1段交換器によって冷却され、従って、極低温冷却器の第2冷却段にかかる負荷を低減する。

【0021】上述の実施の形態の別の改良例によれば、NMR受信コイルから第2向流式交換器を介して戻る冷媒流成分を前置増幅器及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方を冷却するために分岐した後、追加の移送管路及び第1向流式交換器を介してポンプに戻す。このようにして、本発明の測定装置の上述の他の実施の形態に比して、本実施の形態は最大の冷却効率を有するので、最低のNMR受信コイル温度が達成できる。

【0022】これに代えて、NMR受信コイルからの全冷媒流を、前置増幅器及びこれに接続する構成部品の少なくとも一方を冷却するために、第2向流式交換器を介して案内した後、追加の移送管路及び前記第1向流式交換器を介してポンプに戻すようにしてもよい。この方法は、技術的に最も簡単で且つ最もコンパクトでありながら、高い効率を有する。冷却弁はこの場合不要である。

【0023】本発明の測定装置の別の実施の形態によれば、前置増幅器に空間的に近接してヒータを設け、これにより前置増幅器の直接的温度制御を容易に行なうことができる。

【0024】第1移送管路と第2移送管路が共通の極低温断熱材を共用する実施の形態もまた有利である。2つの移送管路と共通の極低温断熱材とを空間的に近接させると、特にコンパクトな装置の形成を容易にし、且つ移送管路において生じる得る熱損失を減少する。

【0025】本発明の更なる利点は以下の説明と図面から引き出すことができる。上述の特徴及び後述の特徴は本発明に従って、個別にあるいは任意に組み合わせて使用することができる。以下の実施の形態は網羅された列挙ではなく、本発明を説明する例示的な特徴として理解されるべきである。

【0026】

【発明の実施の形態】本発明のNMR測定装置において、300Kと受信コイルの温度との間の温度を有する追加の冷却された質量体を受信コイル取付体を支持するために用いると有利であり、この場合室温に保持された構成部品を支持する必要はなくなり、受信コイル取付体を介して入力される熱の大幅な減少が可能となる。この結果、より堅固な取付体とリードを過度の熱の入力なしに利用することができる。冷却された質量体は例えば2段式極低温冷却器の第1段により冷却することができる。

【0027】受信コイルは効果的に断熱することができないので、受信コイルを30Kより低い領域に冷却することは容易ではない。コイルは感度の点から試料を緊密に囲繞しなければならない。しかしながら試料は室温である。従ってコイルは試料とその室温の周囲物からの熱を強く放射され、その結果生じる熱流は冷却装置により吸収されなければならない。

【0028】受信コイルと前置増幅器を冷却するのに、液体ヘリウムを用いることができる。しかしこれは、試料とその周囲物からの大量の熱流のため、大量の、極めて高価なヘリウムを使わなければならないので、かなり不経済である。活性極低温冷却器を用いる方がより有利である。この極低温冷却器をNMRプローブヘッドにできる限り近接して配置することは最も効果的であるが、これは空間の不足から実施が難しく、しかも極低温冷却器からの機械的振動が容易に受信コイルに伝達され得るので、機械的にも困難である。従って冷却力を、まず冷却力のキャリア及び伝達手段として作用するヘリウムガスの流れに伝達することにより、冷却力と冷却対象物との直接的連結を回避するのが有利である。冷却力の極低温冷却器からヘリウムガスへの伝達は、段状熱交換器によって行ない、熱交換器から冷却対象物への別の伝達は、内部真空断熱度が高い移送管路を介して行なうことができる。

【0029】市販の標準的極低温冷却器は共通の問題をかかえる。約10Kの温度で利用できる冷却力はせいぜい略6ワットである。より高い冷却力（例えば10ワット以上）は原理的には可能であるが、NMRの用途とし

て商業的に関心が起きない程の高いコストにつながる。従って、冷却装置は、限定された冷却力が冷却対象物の位置に可能な限り大きい度合で連結されるように、冷却装置を高度に最適化させることが不可欠である。そのような冷却装置の構成は高度なノウハウを必要とし、本発明の目的である。

【0030】冷却力が伝達されるために、ヘリウムガスをポンプにより循環させる必要がある。最も簡単な方法は、低い目標温度でこのポンプを作動させることである。しかしこれは可動機械部品が最低の温度で確実に長期間作動しなければならないことを意味し、非常に困難である。更に、そのようなポンプの保守は高度の困難と経費に結びつく。このタイプのポンプは熱も発生し、従って、冷却効率にとって更なる負荷を成す。

【0031】従って、ポンプを室温で作動させることはより有利である。しかしながら、このことは、冷却対象物を離れた未だ非常に冷たいヘリウムガスを、ポンプに再び導入する以前に、まず加温しなければならないということを意味する。この加温処理の間、大量の冷却力がヘリウムガスから抜き取られるが、この冷却力はもし特別な段を設けなければ、通常は失われる。この用いられない冷却力がある種の媒体に蓄積するかわりに、この冷却力を冷却装置内のより暖かいヘリウムガスを冷却するために用いる。特に、冷却装置からポンプへと戻すべき冷却ヘリウムガスを、先ず、ポンプから冷却装置へと流れる暖かいガスを予備冷却するのに用いることができる。理想的には、ポンプに入るときと、そこから出ていくときとでヘリウムガスは同じ温度を有する。冷却力の伝達はいわゆる向流式熱交換器を介して行なわれる。

【0032】通常は、2つのタイプの熱交換器が冷却装置で用いられる。即ち、単一のガス移送管路を有する段交換器と2つのガス移送管路を有する向流式交換器である。

【0033】段交換器は冷却源（例えば極低温冷却器の冷却段の1つ）への直接の熱接続を必要とし、熱交換器を離れるガスを冷却源の温度まで冷却する。この熱交換器の効率は流出するガスが正確に冷却源の温度を有する時に最大になる。この理想的効率は実際に達成される。

【0034】向流式交換器は幾分よりクリティカルであり、通常、効率損失がある。この交換器は相異なる温度を有する、2つの対向して流れるガスの流れの間に熱交換を発生させ、2つのガス移送管路間の近接した熱接続を介して熱交換を行なう。最大伝達可能冷却力は、熱交換器の高温（ $T = T_{warm}$ ）側端と低温（ $T = T_{cold}$ ）側端との間の温度差によって決まる。向流式交換器の効率は、最大伝達可能冷却力のうちのどのくらいの冷却力が実際冷却ガスから暖ガスに伝達されるかに依存する。この効率は熱交換器の両端で測定される2つのガス流間の温度差 ΔT がゼロである時最大になる。 ΔT が有限な値を執る場合、この値は、熱交換器の温度差（ T

$warm - T_{cold}$ ）と比較することにより、熱交換器の非効率性の尺度を成し、非効率係数 K_{ineff} によって概ね表わすことができる。

【0035】

$$K_{ineff} = \Delta T / (T_{warm} - T_{cold})$$

実際には、5%の非効率係数が良好な設計と適度の努力により達成され得る。図5に示す標準的な向流式交換器の場合、 $\Delta T = 13\text{ K}$ 、及び $(T_{warm} - T_{cold}) = 260\text{ K}$ である。従って非効率係数は5%である。

【0036】この非効率性のために、冷却力の幾分かが失われ、向流式交換器の冷却側端に接続された冷却段から常に抜き取られなければならない。図5の場合、これは極低温冷却器の第2段である。

【0037】向流式交換器は、（エンタルピにより物理的に定義される）ガス冷却エネルギー量をできるだけ少量の損失に押えつつ、低温ガスの温度を増加させなければならない場合に利用される。向流式交換器はこの課題を、より低温のガス流に含まれる冷却エネルギーをより高温のガスに伝達することによって解決する。図5の従来の向流式交換器では低温ガス流は 27 K から 287 K に暖められ、一方高温ガスは 300 K から 40 K に冷却される。熱交換器の非効率性のために、2つのガス流の間には 13 K の相異があり、この相異は使用されずに失われ、第2段に負荷として与えられる。

【0038】例えば、下記の種々の要因を、冷却装置の熱損失を可能な限り低く押えるために考慮しなければならない。

【0039】1. すべての戻される低温ガス流を、流入する高温ガス流の予備冷却に用いなければならない。このようにすれば、再びポンプに流れるヘリウムガスの温度は、ポンプから冷却装置に流れるガスの温度と略同じにすることができる。

【0040】2. 段交換器は、極低温冷却器の全冷却力がヘリウムガスに伝達され得るように、理想的効率100%を有すべきである。

【0041】3. 向流式交換器は、極低温冷却器の冷却段に不要な負荷がかかるのを防止するために、できるだけ小さい非効率係数を有すべきである。

【0042】4. 冷却装置内の構成部品は冷却損失を引き起こすので、最小の部品点数に押えるべきである。

【0043】5. ヘリウムガスの質量流量を用意周到に最適化しなければならない。

【0044】6. 低温ヘリウムガスを冷却対象物に運搬する移送管路は可能な限り低い熱損失を有するべきである。

【0045】種々の冷却装置を互いに比較するために、すべての冷却装置に適用される例えば下記の幾つかの仮定条件を設定しなければならない。

【0046】1. 高感度のコイルに流れるヘリウムガス

の質量流量を 55 標準リットル／分と仮定する。この値は 1 ワット／K のヘリウムガスの運搬力をもたらす。

【0047】 2. 市販の 2 段極低温冷却器を仮定すると、その両冷却段の特性曲線は単純な等式で比較的正確に近似することができる。これらの等式は、

第 1 段: $T_1(P_1) = 20\text{ K} + P_1 \cdot 0.5\text{ K/Watt}$

第 2 段: $T_2(P_2) = 4\text{ K} + P_2 \cdot 1.0\text{ K/Watt}$ である。但し、 T_1 及び T_2 は、放出される冷却力がそれぞれ P_1 及び P_2 であるときに、2 つの冷却段において成立する温度である。

【0048】 3. すべての段交換器は理想的効率を有する。

【0049】 4. すべての向流式交換器は 5 % の非効率係数を有する。これにより交換器の両端間に温度差 $\Delta T = 0.05 \cdot (T_{\text{warm}} - T_{\text{cold}})$ が生じ、標準流量を 55 標準リットル／分 (= 1 ワット／K 運搬力) と仮定すると、交換器の低温側の冷却段における負荷 ΔP_t は、 $\Delta P_t = (T_{\text{warm}} - T_{\text{cold}}) \cdot 0.05\text{ Watt/K}$ となる。

【0050】 5. 5 ワットの熱放射が受信コイルの近傍に存在する。

【0051】 6. 前置増幅器は温度 77 K で作動する。

【0052】 7. 前置増幅器は、その電子により 20 ワットの熱を生成する。目標温度 77 K は前置増幅器のハウジングに追加のヒータを用いるか又は前置増幅器へ流れるヘリウムガスの質量流量を減少するバイパス弁を用いて維持できる。

【0053】 上述の各基準は以下のように仮定される。従って、与えられた温度と質量流量値は単に例示的なものであり、これらの仮定から生じる。他の温度及び質量流量もまた可能である。

【0054】 本発明を図面で表わし、実施の形態を参照して更に詳しく説明する。

【0055】 現行の従来技術による NMR 受信コイル冷却用低温化装置を図 5 及び図 6 に示す。両冷却装置は受信コイルの冷却を 30 K より低い温度まで行なう。受信コイルと前置増幅器の両方を相異なる温度に冷却する、これらを改良した装置を図 7 に示す。

【0056】 最も単純な例を図 5 に示す。この装置は基本的に冷却装置 1 e からなり、該装置の内部は空気中での熱伝導からの熱損失を防ぐために、真空にされる。冷却は極低温冷却器 2 で行なわれ、該極低温冷却器 2 はガス移送管路を介して圧縮器 5 に接続され、20 K の第 1 冷却段 4 及び 22 K の第 2 冷却段 3 を備える。両段は冷却源であり、熱接触面を有し、該熱接触面には個々の部品を接続して冷却することができる。かかる個々の部品の 1 つは、極低温冷却器 2 の第 2 冷却段 3 に接続された段交換器 8 である。

【0057】 ポンプ 6 はヘリウムガスを閉回路内で循環

させる循環ポンプである。ポンプから流出する室温 (300 K) のヘリウムガスは冷却装置に入り、そこで向流式交換器 7 により 40 K に予備冷却される。次にヘリウムガスは極低温冷却器の第 2 段 3 に接続された段交換器 8 内で 22 K に冷却される。このヘリウムガスは受信コイル 11 の移送管路 9 を介して NMR プローブヘッド 10 e に導入され、受信コイル 11 を 27 K に冷却する。従ってヘリウムガスは 27 K に暖められ、移送管路 9 を介して冷却装置 1 e 内に戻り、そこで再び向流式交換器 7 に入り、287 K に暖められ、略室温であるポンプに進む。

【0058】 図 6 も、より良い効率を有する従来の装置 (米国特許第 5,508,613 号に略対応) を示す。第 2 冷却段 3 に加えて、冷却装置 1 f の極低温冷却器 2 はヘリウムガスを冷却する第 1 段 4 を有し、これらの冷却段用に 2 つの向流式交換器 13, 7 を必要とする。温度領域全体は 2 つの向流式交換器に振り分けられるので、クリティカルな第 2 段 3 は、向流式交換器 7 の負荷 $\Delta T = 0.5\text{ K}$ を負担するだけでよく、向流式交換器 13 のはるかにより大きな負荷 $\Delta T = 13.1\text{ K}$ は、第 1 段によって負担される。このようにして、第 2 段 3 はより低温のガス、即ちより大きな冷却力を、NMR プローブヘッド 10 f の受信コイル 11 に送出することができる。

【0059】 流入する室温のヘリウムガスは先ず、第 1 向流式交換器 13 により 38.8 K に予備冷却され、次いで極低温冷却器 2 の第 1 段 4 の段交換器 12 において 26.3 K に予備冷却されて第 2 向流式交換器 7 に入る。ここで 15.1 K に冷却され、引き続き第 2 段 3 の段交換器 8 において、最終温度である 9.6 K に冷却される。この冷却ガスは移送管路 9 を介して受信コイル 11 に案内され、受信コイル 11 を 14.6 K に冷却する。次に 14.6 K に暖められたガスは移送管路 9 を介して再び冷却装置 1 f に入り、向流式交換器 7, 13 を介してポンプ 6 に戻る。ポンプ 6 に対し流入流出するヘリウムガスは略同じ温度を有し、ガスの冷却力の良好な利用をもたらす。

【0060】 図 7 は、受信コイル 11 と NMR プローブヘッド 10 g 内の前置増幅器 21 を 2 つの相異なる温度領域即ち、20 K より低い温度と略 77 K に冷却する冷却装置を示す。この目的のために、2 つの極低温冷却器 2, 16 と、ポンプ 6 によって駆動される受信コイル用第 1 冷却回路及びポンプ 14 によって駆動される前置増幅器用第 2 冷却回路から成る 2 つの個別の冷却回路とを用いる。第 1 冷却回路は、図 6 の従来の冷却装置によって冷却され 55 標準リットル／分の流量を有し、この流量は弁 24 によって調整され、図 7 において 100 % に指定されている。次に第 2 冷却回路は 1 段極低温冷却器 16 のみによって冷却され、その質量流量は、前置増幅器 21 が目標温度 77 K を有するように弁 25 によって

調整される。この温度に必要な質量流量は図 7 に示すように標準流量の 45 % である。

【0061】冷却装置 1 g は、図 6 に示した従来装置と同一であり、その説明は省略する。図 7 の冷却装置 15 に関して、ポンプ 14 から出た室温のヘリウムガスは向流式交換器 18 内で 87.6 K に予備冷却され、引き続き、極低温冷却器 16 の第 1 の且つ唯一の冷却段 17 に接続された段交換器 19 内で 32.4 K まで冷却される。このようにして冷却されたヘリウムガスは移送管路 20 を介して NMR プロブヘッド 10 g に入って前置増幅器 21 に至り、前置増幅器 21 は 77 K に冷却される。このようにして、ガスは 32.4 K から 77 K に暖められ、冷却装置 15 に戻り、ここでこのヘリウムガスは残存する冷却力を向流式交換器 18 を介してポンプ 14 から流入する高温ヘリウムガスに放出し、引き続き略室温、即ち 289.4 K を有してポンプ 14 に戻る。

【0062】NMR においては、通常 2 つの互いに直交するコイルシステム又は共鳴器が試料近傍に配置され、スピンスシステムの励起及び NMR 信号の受信の両方に使用可能である。両コイルシステム又は共鳴器は通常、相異なる核種用に同調され、例えば一方のコイルシステムは、プロトニウム¹H、他方はリン³¹P に同調される。更に、2 つのコイルシステム又は共振器の各々は複数の測定の可能性を高めるために、同時に 2 種又はそれ以上の核種に同調することができる。以下の受信コイル 11 への言及はそのようなコイルシステム又は共鳴器システムを指す。

【0063】上述の説明に対応して、NMR 信号を複数の核種から同時に受信することができる。これらの NMR 信号は通常、相異なる周波数領域に存在し、従って相異なる前置増幅器を必要とする。以下の前置増幅器 21 への言及もまたそのような複数の前置増幅器を指す。

【0064】本発明の冷却装置を図 1、図 2、図 3 及び図 4 に示す。これらの 3 つの装置は下記の複数の共通した特徴を有する。

【0065】1. これらの装置は、すべての冷却要件を満たすために唯 1 つの 2 段極低温冷却器を有する。

【0066】2. これらの装置は、同時に 2 つの対象物、即ち NMR 受信コイルとこれに関連する前置増幅器を相異なる温度に冷却するように構成される。

【0067】3. これらの装置は、受信コイルを極低温冷却器の第 2 段に接続し、向流式交換器内において戻りガスの残存冷却力を流入するガスに伝達するために実質的に同一の構造を有する。

【0068】これら 3 つの装置は前置増幅器を温度 77 K に冷却する方法が互いに基本的に相異なる。

【0069】第 1 の装置を図 1 に示す。この装置は前置増幅器 21 を冷却するための第 2 の個別なヘリウムガス回路を用いる。第 1 回路は受信コイル 11 を冷却し、ポンプ 6 によって駆動される。第 2 回路もまたポンプ 6 に

よって駆動されるが、前置増幅器 21 を冷却する。図 7 の冷却装置と違って、極低温冷却器 2 の第 1 冷却段 4 は第 1 及び第 2 回路の両方を冷却する。従って図 7 と違って、唯 1 つの極低温冷却器 2 のみを用いるので、構成が簡略化しコストが低減される。第 1 回路の説明は図 6 の説明から引用することができ第 2 回路の説明は図 7 の説明から引用できる。

【0070】2 つの回路におけるガス流の個々の調整は効率的冷却作用にとって不可欠である。この調整はポンプ 6 の近傍において冷却装置 1 a の外部に配置される 2 つの弁 24、25 を用いて行なわれる。標準流量は第 1 弁 24 によって調整される（前述の比較用仮定条件を満足するように図 1 に 100 % で示される）。第 2 弁 25 ははるかにより重要であり、第 2 回路の質量流量を、前置増幅器が目標温度 77 K を有するように調整する。この目的のために、図 1 に示すように標準流量の 52 % が要求される。

【0071】図 2 に示す第 2 の装置においては、単一のヘリウムガス回路しか必要とされず、この回路はポンプ 6 によって駆動され、受信コイル 11 と前置増幅器 21 の両方を冷却する。これは、前置増幅器 21 の冷却を向流式交換器 13 と段交換器 12 とで切換えることで達成される。向流式交換器 13 から出たヘリウムガスは先ず段交換器 19 に入り、そこで 47.5 K から 35.8 K に冷却される。弁 22 は、前置増幅器 21 を目標温度である 77 K に正確に冷却する量のガスが前置増幅器 21 に入るように調整される。このガスの量は全流量の 48 % である。残りの 52 % は弁 22 を介して、第 2 段交換器 12 に直接入る。48 % のガス分は移送管路 20 を介して NMR プロブヘッド 10 b に入り、前置増幅器 21 を正確に 77 K に冷却し、従って 77 K まで暖められ、次に、再び移送管路 20 を介して冷却装置 1 b に入り、弁 22 からのガスと混合して 55.8 K の温度になる。このガスは次に第 2 段交換器 12 に入り、そこで 35.8 K に冷却され、引き続き向流式交換器 7 内に案内される。この位置からすべてのプロセスが図 1 と同様に進行する。これにより、弁 24 は冷却装置 1 b 内のガス流を仮定された標準流量に調整する。

【0072】図 3 に示す第 3 の冷却装置 1 c は最良の結果をもたらす。この装置においては、向流式交換器 7 から向流式交換器 13 へのガスの戻し接続が中断されると同時に、移送管路 20 を介して前置増幅器 21 に流れる冷却接続が成立するようになっている。従って、図 2 の段交換器 19 は必要とされない。この冷却装置は最も少ない数の部品からなり、上述した他の 2 つの装置よりも良好な結果をもたらす、更に全体的コストの低減を図ることができる。

【0073】図 2 の装置と同様に、前置増幅器 21 へのガス流は弁 22 によって調整可能とされ、前置増幅器 21 を 77 K に冷却する。このために必要なガス量は全流

量の 47%であり、温度 34.4 Kを有する。このガスはこのガス冷却過程において 34.4 Kから 77 Kまで暖められ、移送管路 20 を介して冷却装置 1c に戻り、弁 22 からガスと混合し、54.4 Kの温度になり、引き続き向流式交換器 13 に入って、ポンプ 6 に戻る。

【0074】原則として、弁 22 は、前置増幅器 21 によって生成された 20 ワットを除去し、目標温度である 77 Kを達成するように、ヘリウムガスを介して前置増幅器 21 に案内される冷却力を調整する。弁を用いなくてもガスの全冷却力を前置増幅器 21 に案内することは可能である。何らの対応策をとらなければ前置増幅器 21 は強力に 77 K以下に冷却する。しかしながら、ヒータ 23 を前置増幅器 21 のハウジング上に導入して前置増幅器を目標温度 77 Kに加熱することにより、この強力な冷却を防止することができる。図 4 に示す冷却装置 3b はこのようなヒータ 23 を用いる。しかしながら、ヒータには、極低温冷却器 2 の第 1 段 4 により大きな負荷をかけ、またこの負荷は第 2 段 3 にも幾分の影響を与えるという不利益がある。従って、段交換器 8 の出力側の温度は 10.0 K (図 3 参照) から 10.3 K (図 4 参照) に上昇する。

【0075】ヒータ 23 の使用は本発明の図 4 の装置に限られるものではない。ヒータは本発明の図 1 及び図 2 の 2 つの装置にも用いることができる。

【0076】前置増幅器 21 用に一定量の冷却力を保存することも当然有利である。この保存量の大きさを、7

冷却装置	前置増幅器の 最大許容電力 損失 P_{max}	前置増幅器の 温度 (一定)	前置増幅器が P_{max} 時の 受信コイルの 温度
図 6	42.5 W	77 K	14.6 K
図 1	30.9 W	77 K	15.5 K
図 2	34.3 W	77 K	16.3 K
図 3、図 4	35.8 W	77 K	16.3 K

【0081】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によれば、NMRプローブヘッドに、1つ又は複数のNMR受信コイルに加えて、前記NMR受信コイルによって受信されるNMR信号を増幅するための1つ又は複数の前置増幅器を設けると共に、極低温断熱された追加の移送管路を冷却装置及び前記NMRプローブヘッド間に設け、前記追加の移送管路を介して、前記1つ又は複数の前記前置増幅器と、高周波 (RF) スイッチ、RFフィルタ、取付部材等の前記前置増幅器に接触する構成部品との少なくとも一方を前記第1冷却段に熱接続し、且つ、前記極低温冷却器及び追加の熱交換器のうちの少なくとも該極低温冷却器を前記2つの冷媒流を冷却するために用い、これにより前記前置増幅器 (21) を前記受信コイルの温度より高い温度に冷却することにより、前置増幅器の

7 Kの冷却が正確に可能なように、前置増幅器が生成する最大電力損失を求めることにより数字でもって定めておくことができる。この最大電力損失を図 7 の装置及び図 1、図 2、図 3 及び図 4 の装置について後掲の表に示す。

【0077】図 7 の冷却装置は前置増幅器の最大電力損失が 42.5 ワット、受信コイルの関連する温度が 14.6 Kと最良の数値を示す。この装置は、しかしながら、構成部品に関して莫大な出費を要する。即ち、2つの極低温冷却器、3つの段交換器及び3つの向流式交換器を要する。このためにこの装置は非常に高価であり、商業用途としては魅力がない。

【0078】図 3 の冷却装置は異なる挙動を示し、前置増幅器の最大電力損失が 35.8 ワット、受信コイルの関連する温度が 15.3 Kと幾分劣る数値を示すが、これらの数値を実質的により少ない部品で達成する。即ち、1つの極低温冷却器と2つの段交換器と2つの向流式交換器を要するだけである。従って、この場合、全体のコスト効率が優れ、商業用途にとり非常に魅力的である。

【0079】本発明の図 1、図 2、図 3 及び図 4 に示す冷却装置は、冷却効率が幾分低下するが、ガス流を逆方向にしても機能することができる。

【0080】

【表 1】

雑音も含む雑音の大幅な減少を、可能な限り簡単な方法で且つ大きな技術的困難とコストの増加を伴わずに達成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】2つの個別の冷却回路を有する本発明の一実施の形態に係るNMR測定装置の構成を示す図である。

【図 2】単一の冷却回路を有する本発明の別の実施の形態に係るNMR測定装置の構成を示す図である。

【図 3】単一の冷却回路を有するが、追加の段交換器を有しない本発明の別の実施の形態に係るNMR測定装置の構成を示す図である。

【図 4】図 3 の実施の形態から冷却弁を除いた本発明の別の実施の形態に係るNMR測定装置の構成を示す図である。

【図 5】冷却受信コイルを有する、先行技術に係るNM

R測定装置の構成を示す図である。

【図6】図5の従来の装置と比較して効率的に改良された米国特許第5,508,513号に示す先行技術に係るNMR測定装置の構成を示す図である。

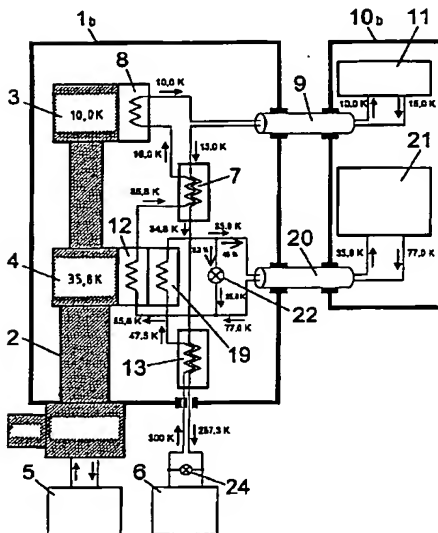
【図7】NMR受信コイルを冷却可能で、前置増幅器を冷却するための特別な冷却装置を有するNMR測定装置の構成を示す図である。

【符号の説明】

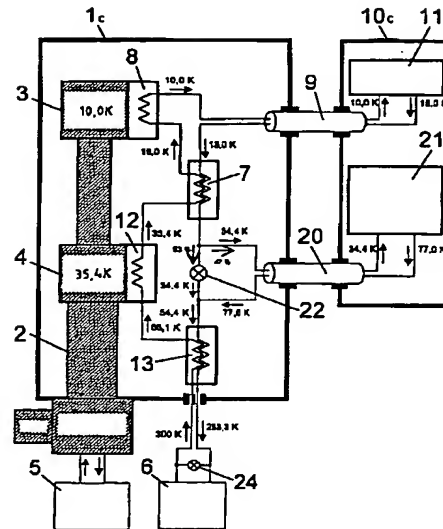
- 1 a～1 g, 15 冷却装置
2, 16 極低温冷却器
3 第2冷却段
4 第1冷却段
5 圧縮器
6, 14 ポンプ

- 7 第2向流式交換器
8 第2段交換器
9, 20 移送管路
10 a～10 g NMRプローブヘッド
11 NMR受信コイル
12 第1段交換器
13 第1向流式交換器
17 冷却段
18 向流式交換器
19 段交換器
21 前置増幅器
22, 24, 25 弁
23 ヒータ

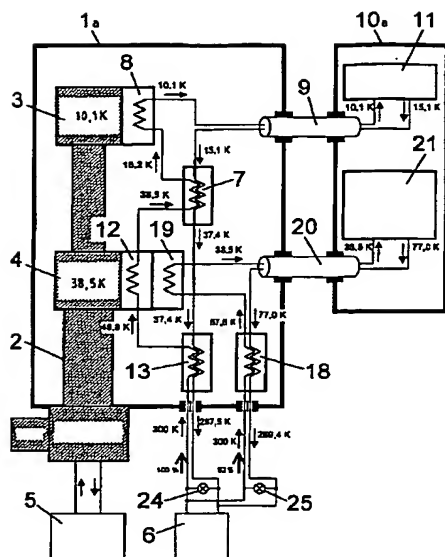
【図2】



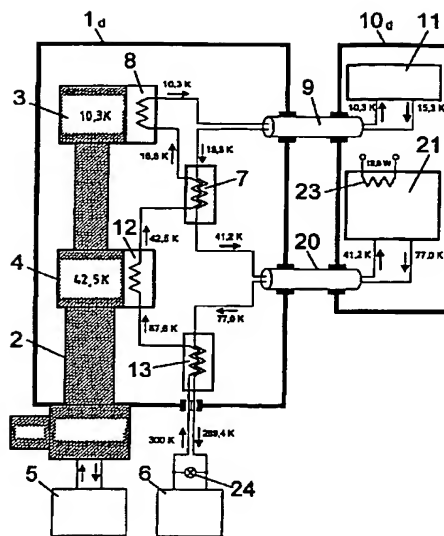
【図3】



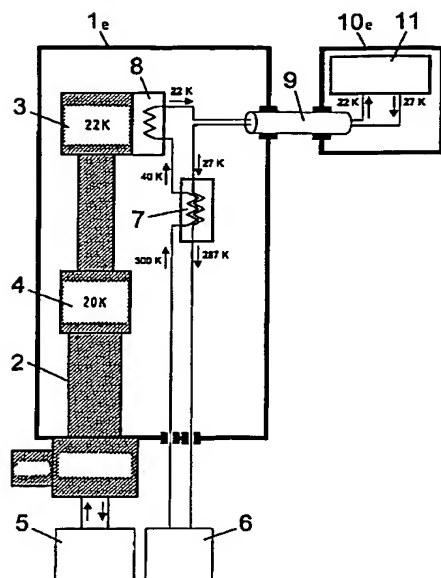
【图 1】



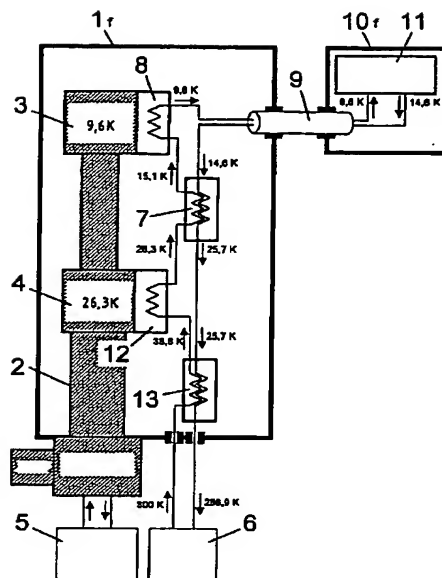
【図 4】



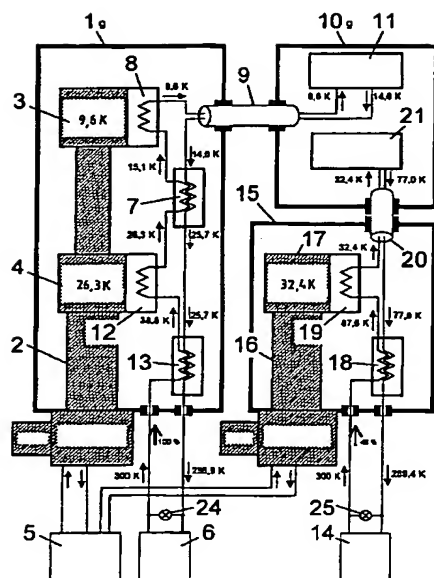
【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(56) 参考文献 特開 昭63-179440 (J P, A)
 特開 平1-262852 (J P, A)
 実開 平2-23509 (J P, U)

(58) 調査した分野(Int.Cl.⁶, DB名)
 G01N 24/00 - 24/12